

日本国特許庁

JAPAN PATENT OFFICE

Docket #: 42014-0104 HUS1
Application #: 10/820,118
Filed Date: April 8, 2004
Inventor: Maesto Yoshinaka et al
Birch Stewart Kolosch & Birch LLP
(703) 205-8000

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年 4月15日

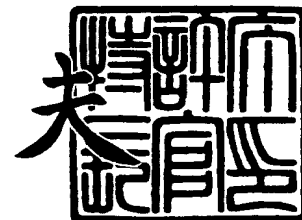
出願番号
Application Number: 特願2003-109750
[ST. 10/C]: [JP 2003-109750]

出願人
Applicant(s): 株式会社成和化成

2004年 5月12日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2004-3039518

【書類名】 特許願

【整理番号】 JP104200

【提出日】 平成15年 4月15日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 A61K 7/13

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府東大阪市布市町 1 丁目 2 番 1 4 号 株式会社成和化成内

【氏名】 吉岡 正人

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府東大阪市布市町 1 丁目 2 番 1 4 号 株式会社成和化成内

【氏名】 橘 三空雄

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府東大阪市布市町 1 丁目 2 番 1 4 号 株式会社成和化成内

【氏名】 大海 須恵子

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府東大阪市布市町 1 丁目 2 番 1 4 号 株式会社成和化成内

【氏名】 安達 敬

【特許出願人】

【識別番号】 000147213

【氏名又は名称】 株式会社成和化成

【代表者】 吉岡 正人

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 083368

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

| | | |
|-----------|-----|---|
| 【物件名】 | 明細書 | 1 |
| 【物件名】 | 要約書 | 1 |
| 【プルーフの要否】 | 要 | |

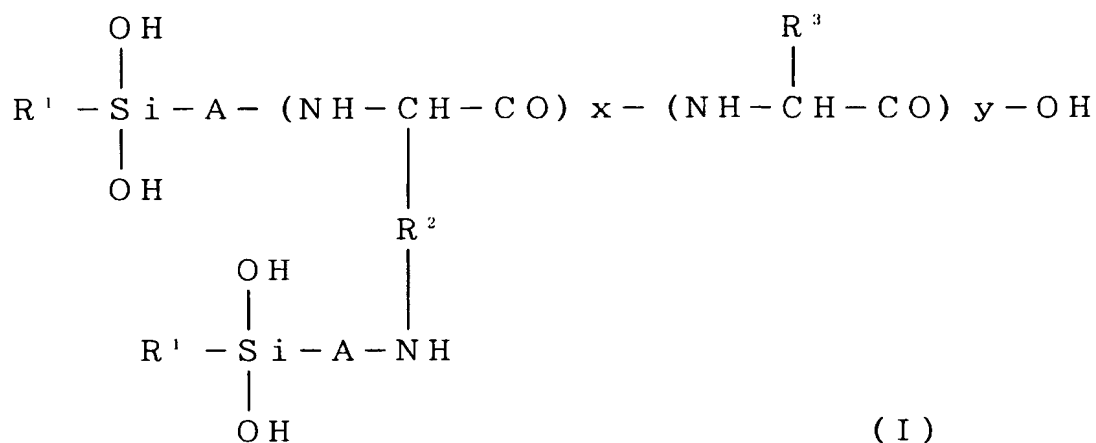
【書類名】 明細書

【発明の名称】 染毛剤

【特許請求の範囲】

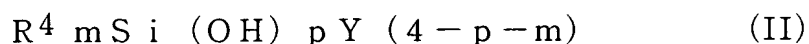
【請求項 1】 下記一般式 (I)

【化 1】



〔式中、 R^1 は水酸基または炭素数 1～3 のアルキル基を示し、 R^2 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基を示し、 R^3 は R^2 以外のアミノ酸側鎖を示し、A は結合手で $-\text{CH}_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{S}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{NH}-$ および $-(\text{CH}_2)_3\text{OCOCH}_2\text{CH}_2-$ よりなる群から選ばれる少なくとも 1 種の基を表し、 x は 0～50、 y は 1～100、 $x+y$ は 1～100 である (ただし、 x および y はアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない) 〕

で表されるシリル化ペプチドの一種以上と下記一般式 (II)



〔式中、 m は 0 から 2 の整数で、 p は 2 から 4 の整数、 $m+p \leq 4$ で、 R^4 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、 m 個の R^4 は同じでもよく、異なってもよい。 $(4-p-m)$ 個の Y はアルコキシ基または水素原子である〕

で表されるシラン化合物の一種以上とを、反応モル比がシリル化ペプチド：シラ

ン化合物 = 1 : 1 ~ 1 : 1 0 0 の範囲で水溶液中で縮重合させた後、下記の一般式 (III)



〔式中、3 個の R^5 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、3 個の R^5 は同じでもよく、異なってもよい〕

で表されるシラン化合物を水溶液中で付加させることにより得られ、固形分濃度が 7 0 % の時の 2 0 ℃ における粘度が 5 0 0 ~ 2 0 , 0 0 0 m P a · s の範囲内にあるシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を含有することを特徴とする染毛剤。

【請求項 2】 シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の含有量が 0 . 0 5 ~ 1 0 質量 % である請求項 1 記載の染毛剤。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、染毛剤に関し、さらに詳しくは、酸化型染毛剤に属する染毛剤であって、均一に染毛でき、染毛時の毛髪の損傷が少なく、染毛後の毛髪に艶、はり、良好な櫛通り性を付与することができ、しかも染毛後の耐シャンプー性に優れる染毛剤に関するものである。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

染毛剤には、一時染毛剤、半永久染毛剤、永久染毛剤などがあり、いずれも美容の目的で広く使用されている。

【0 0 0 3】

このうち永久染毛剤では、酸化染料（染料中間体）を含む第 1 剤と過酸化水素などの酸化剤を含む第 2 剤とからなる酸化型染毛剤が、種々の色調が得られる上に、染毛力が優れていることから、広く使用されている。

【0 0 0 4】

しかしながら、酸化型染毛剤では、酸化染料を含む第 1 剤と酸化剤を含む第 2 剤を使用前に混合して頭髪に塗布するため、酸性染料を主成分とする半永久染毛

剤である酸性染毛料に比べて毛髪上での発色に時間がかかる上に、均一に染まりにくいという問題があった。

【0 0 0 5】

また、酸化型染毛剤では、一般に酸化染料の均一な浸透を助長するためにアルカリ剤を含有させているので、pHが10以上と高く、そのため、刺激性があり、かつ毛髪中のタンパク（蛋白）成分が流出しやすく、染毛時の毛髪の損傷が激しいので、染毛後の毛髪がパサついたり、櫛通り性が悪くなるという問題や、毛髪が損傷を受けているため毛髪中の染料が毎日のシャンプーで洗い流され、褪色が大きいという問題もあった。

【0 0 0 6】

そこで、これらの問題を解決し、かつ染毛剤の均染効果を高める目的で、タンパク加水分解物（ペプチド）やその誘導体、シリコーンなどを染毛剤に含有させることが提案されている（例えば、特開昭61-55887号公報、特公平3-63528号公報、特公平4-4289号公報、特開平5-271040号公報など）。

【0 0 0 7】

しかしながら、上記のタンパク加水分解物やその誘導体は、損傷した毛髪に収着して毛髪に潤いや艶を付与することはできるものの、染毛後のシャンプーで容易に離脱し、染色毛髪の耐シャンプー性に関しては十分に満足できるものとはいえず、また、シリコーンは健常毛髪には収着しやすいが損傷して親水基が露出した毛髪には収着しにくく、かつ染毛剤に多量含有させると染毛効果を低下させるという問題があった。

【0 0 0 8】

そのため、本発明者らは、加水分解ペプチドにシリル基を付加したシリル化ペプチドを開発し、染毛剤に配合して加水分解ペプチドの有する艶、潤い感、毛髪のまとまり性の付与作用とシリル基の有する艶やなめらかさの付与作用を同時に発揮させることを試みてきた（例えば、特開平8-157344号公報）。

【0 0 0 9】

しかしながら、上記シリル化ペプチドはペプチド部分に付加するシリル基が一

つのため、高分子シリコンに比べると毛髪表面へのなめらかさの付与作用に劣り、しかも染毛毛髪の耐シャンプー性に関しては十分に満足できるものではなかった。

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

従って、本発明は、均一に染毛でき、染毛時の毛髪の損傷が少なく、染毛後の毛髪に良好な艶、はり、櫛通り性などを付与し、しかも染毛後の耐シャンプー性に優れる染毛剤を提供することを目的とする。

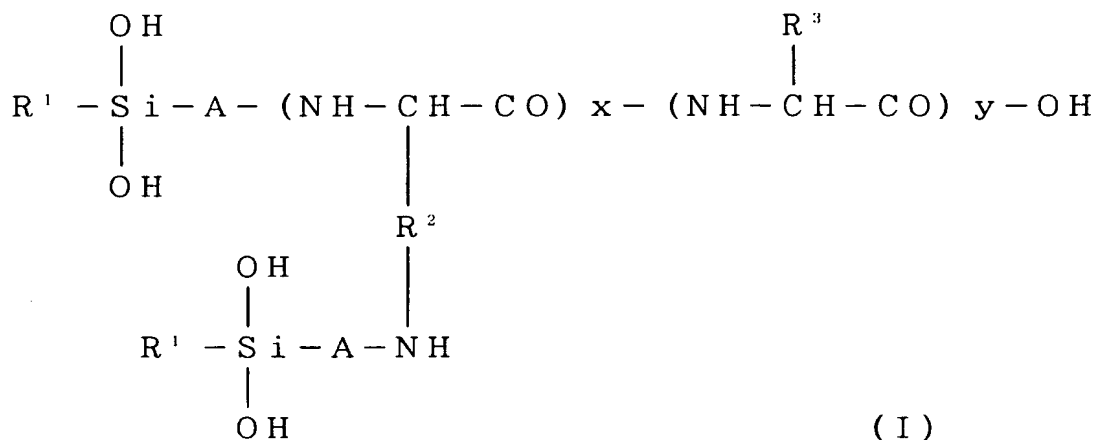
【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意研究を重ねた結果、下記一般式 (I)

【0012】

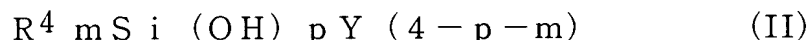
【化2】



〔式中、 R^1 は水酸基または炭素数1～3のアルキル基を示し、 R^2 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基を示し、 R^3 は R^2 以外のアミノ酸側鎖を示し、Aは結合手で $-\text{CH}_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{S}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{NH}-$ および $-(\text{CH}_2)_3\text{OCOCH}_2\text{CH}_2-$ よりなる群から選ばれる少なくとも1種の基を表し、 x は0～50、 y は1～100、 $x+y$ は

1 ～ 1 0 0 である（ただし、 x および y はアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない）]

で表されるシリル化ペプチドの一種以上と下記一般式 (II)



[式中、 m は 0 から 2 の整数で、 p は 2 から 4 の整数、 $m + p \leq 4$ で、 R^4 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、 m 個の R^4 は同じでもよく、異なってもよい。 $(4 - p - m)$ 個の Y はアルコキシ基または水素原子である]

で表されるシラン化合物の一種以上とを、反応モル比がシリル化ペプチド：シラン化合物 = 1 : 1 ～ 1 : 1 0 0 の範囲で水溶液中で縮重合させた後、下記一般式 (III)



[式中、3 個の R^5 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、3 個の R^5 は同じでもよく、異なってもよい]

で表されるシラン化合物を水溶液中で付加させることにより得られ、固形分濃度が 7 0 % の時の 2 0 ℃ における粘度が 5 0 0 ～ 2 0 , 0 0 0 m P a · s の範囲内にあるシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物を含有させて染毛剤を調製するときは、均一に染毛でき、かつ染毛時の毛髪の損傷が少なく、染毛後の毛髪に艶、はり、良好な櫛通り性などを付与でき、しかも耐シャンプー性が優れることを見出し、本発明を完成するにいたった。

【 0 0 1 3 】

なお、上記一般式 (I) における x 、 y 、および、一般式 (II) における m 、 p 、 $(4 - p - m)$ は下付け文字である。

【 0 0 1 4 】

【発明の実施の形態】

本発明の染毛剤に用いるシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物は、例えば、特開 2 0 0 1 - 4 8 7 3 2 号公報、特開 2 0 0 1 - 4 8 7 7 5 号公報などに開示の方法で合成できるが、具体的に示すと下記の通りである。

【 0 0 1 5 】

シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の一方の成分である、上記一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドは、特開平 8-59424 号公報および特開平 8-67608 号公報に開示の方法で水溶液中で容易に合成できる。

【0016】

上記一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドにおいて、 R^2 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基であるが、上記のような側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸としては、例えば、リシン、アルギニン、ヒドロキシリシンなどが挙げられる。また、 R^3 は R^2 以外のアミノ酸側鎖を示すが、そのようなアミノ酸としては、例えば、グルタミン酸、アスパラギン酸、アラニン、セリン、トレオニン、バリン、メチオニン、ロイシン、イソロイシン、チロシン、フェニルアラニン、プロリン、ヒドロキシプロリンなどが挙げられる。

【0017】

上記一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドにおいて、 x は 0 ~ 50、好ましくは 0 より大きく 10 以下であり、 y は 1 ~ 100、好ましくは 1 ~ 50、 $x + y$ は 1 ~ 100、好ましくは 2 ~ 50 である。すなわち、 x が上記範囲より大きくなると、側鎖のアミノ基に結合するシリル基が増え、ペプチド本来の毛髪への収着作用が減少し、 y が上記範囲より大きくなると、ペプチド部分に対するシリル基部分の割合が少なくなってシリル基部分が有する特性を十分に発揮することができなくなり、 $x + y$ が上記範囲より大きくなるとペプチドとしての毛髪への収着性や浸透性が低分子ペプチドに比べて減少するからである。なお、上記の x 、 y や $x + y$ は、理論的には整数であるが、ペプチド部分が加水分解ペプチドである場合は、該加水分解ペプチドが分子量の異なるものの混合物として得られるため、測定値は平均値になる。

【0018】

上記一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドのペプチド部分としては、天然ペプチド、合成ペプチド、タンパク質 (蛋白質) を酸、アルカリ、酵素またはそれらの併用で部分加水分解して得られる加水分解ペプチドなどが挙げられるが、タンパクの入手の容易さやペプチド部分の数平均分子量のコントロールしやすさ

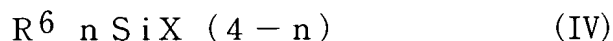
から、加水分解ペプチドを用いるのが好ましい。

【0019】

加水分解ペプチドとしては、例えば、コラーゲン（その変性物であるゼラチンも含む）、ケラチン、絹フィブロイン（シルク）、セリシン、カゼイン、コンキオリン、エラスチン、鶏、あひるなどの卵の卵黄タンパク、卵白タンパク、大豆タンパク、小麦タンパク、トウモロコシタンパク、米（米糠）タンパク、ジャガイモタンパクなどの動植物由来のタンパク、あるいは、サッカロミセス属、カンディダ属、エンドミコプシス属の酵母菌や、いわゆるビール酵母、清酒酵母といわれる酵母菌より分離した酵母タンパク、キノコ類（担子菌）より抽出したタンパク、クロレラより分離したタンパクなどの微生物由来のタンパクを酸、アルカリ、酵素またはそれらの併用で部分的に加水分解して得られるペプチドが挙げられる。

【0020】

本発明の染毛剤に含有させるシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物のもう一方の成分であるシラン化合物は、上記一般式（II）に示すものであるが、この化合物は、下記一般式（IV）



〔式中、 n は 0 から 2 の整数で、 R^6 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、 n 個の R^6 は同じでもよく、異なってもよい。（ $4-n$ ）個の X は水酸基、アルコキシ基およびハロゲン基からなる群から選ばれる少なくとも 1 種の基である〕

で表されるシラン化合物を水溶液中で加水分解することにより得られる。なお、上記一般式（IV）において、 n 、（ $4-n$ ）は下付け文字である。

【0021】

一般式（IV）で表されるシラン化合物の具体例としては、テトラメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルジメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、デシルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、3-メタクリロキシプロピル

メチルジメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-フェニル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-クロロプロピルトリメトキシシラン、3-クロロプロピルメチルジメトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、ジメチルオクタデシル〔3-(トリメトキシシリル)プロピル〕アンモニウムクロライド、3-(トリメトキシシリル)プロピルポリオキシエチレン(10)エーテル、テトラエトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルジエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルメチルジエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、3-クロロプロピルトリエトキシシラン、3-クロロプロピルメチルジエトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、3-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、3-イソシアネートプロピルトリエトキシシラン、メチルジクロロシラン、メチルトリクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、ジフェニルジクロロシラン、ビニルトリクロロシラン、3-クロロプロピルメチルジクロロシランなどが挙げられる。

【0022】

上記一般式(I)で表されるシリル化ペプチドと一般式(II)で表されるシリル化合物との反応は、例えば、まず、上記一般式(I)で表されるシリル化ペプチドの水溶液を塩酸や硫酸で酸性側に調整するか、水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液で塩基性側に調整し、その中に一般式(IV)で表されるシラン化合物を滴下することにより、上記一般式(IV)で表されるシラン化合物のアルコキシ基やハロゲン基などが加水分解してケイ素原子に直結する水酸基を少なくとも2個有する一般式(II)で表されるシラン化合物になり、その後、中和す

ることによって、一般式 (I) で表される親水基を有する有機シラン化合物の水酸基と一般式 (II) で表されるシラン化合物の水酸基との縮重合が進み、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物が得られる。

【0023】

加水分解反応は、一般的には pH 1～3 で良好に進行するが、一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドによっては酸性側で不溶物が生じやすいものがあり、その際には pH 10～11 で行うのが好ましい。一般式 (IV) で表されるシラン化合物としてアルコキシシラン化合物を用いるときは pH 調整はアルコキシシラン化合物の滴下前のみでよいが、一般式 (IV) で表されるシラン化合物としてハロゲン化シラン化合物やカルボキシシラン化合物を用いて塩基性側で反応する場合は反応中に pH が下がるので、水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液などを添加して pH を 10～11 に保つ必要がある。また、一般式 (IV) で表されるシラン化合物としてアミノシラン化合物を用いて酸性側で反応する場合は反応中に pH が上がるので、希塩酸や希硫酸などを添加して pH を 1～3 に保つ必要がある。

【0024】

反応温度は低すぎると反応が進行しにくく、高すぎると上記一般式 (IV) で表されるシラン化合物のアルコキシ基やハロゲン基が急激に加水分解するので、30～60℃が好ましい。また、反応時間は、反応量によっても異なるが、上記一般式 (IV) で表されるシラン化合物を 2～6 時間かけて滴下し、その後の攪拌に 5～20 時間攪拌を続けるのが好ましい。

【0025】

加水分解反応の終了時点では、反応溶液が酸性または塩基性のため、反応溶液が酸性側の場合は水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液などのアルカリ水溶液を添加し、反応溶液が塩基性側の場合は希塩酸や希硫酸などの酸水溶液を添加し攪拌して溶液を中和する。この中和によって縮重合がさらに進みシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物が得られるが、中和後の攪拌は 1～10 時間程度が好ましい。

【0026】

本発明の染毛剤に用いるシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物は、上記一般式 (I) で示されるシリル化ペプチドの一種以上と上記一般式 (II) で示されるシラン化合物の一種以上を、反応モル比で 1 : 1 ~ 1 : 100 の範囲、より好ましくは 1 : 1 ~ 1 : 85 の範囲で縮重合させる。

【0027】

すなわち、一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドと一般式 (II) で表されるシラン化合物の反応モル比が上記範囲以下では、染毛剤に含有させた場合、染毛時の毛髪の損傷を抑制し、染毛後の毛髪に艶、はり、こしを付与することができず、しかも耐シャンプー効果を発揮できず、また、一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドと一般式 (II) で表されるシラン化合物の反応モル比が上記範囲以上になっても反応比に見合う毛髪への艶、はり、こしの付与作用の増加が認められないだけでなく、シリコンオイル感を生じ、さらに、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物が高粘度となって取り扱いが難しくなる恐れがあるからである。

【0028】

つぎに、上記のようにして得られたシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物は、末端のシリル基に水酸基が残っているため、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物同士が凝集して高分子化する恐れがあり、さらに、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が 1 個生じる上記一般式 (III) で表されるシラン化合物を反応させる。

【0029】

一般式 (III) で表されるシラン化合物としては、下記一般式 (V)



[式中、3 個の R^7 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、3 個の R^7 は同じでもよく、異なってもよく、Z は水酸基、アルコキシ基およびハロゲン基から選ばれる基である]

で表されるシラン化合物を水溶液中で加水分解することにより得られる。

【0030】

加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が 1 個生じる一般式 (V) で表

されるシラン化合物としては、例えば、ジメチルビニルクロロシラン、*n*-ブチルジメチルクロロシラン、*tert*-ブチルジメチルクロロシラン、*tert*-ブチルジフェニルクロロシラン、オクタデシルジメチルクロロシラン、メチルジフェニルクロロシラン、トリ-*n*-ブチルクロロシラン、トリエチルクロロシラン、トリメチルクロロシラン、トリ-*n*-プロピルクロロシラン、トリフェニルクロロシラン、トリメチルアイオドシラン、トリメチルエトキシシラン、ジメチルビニルエトキシシラン、ジメチルビニルメトキシシラン、トリメチルエトキシシラン、トリメチルメトキシシラン、トリフェニルエトキシシランなどが挙げられる。

【0031】

また、このほかにも、ヘキサメチルジシラザンやヘキサメチルジシロキサンのようなケイ素原子を2個有するシリル化合物も、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が1個生じるので使用することができる。

【0032】

このような加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が1個生じる一般式 (V) で表されるシラン化合物は、ケイ素原子に直結する反応基が一つであるため、それを加水分解して得られる一般式 (III) で表されるシラン化合物は、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物中に存在する水酸基と反応して、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物中の水酸基を減少させ、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物がさらに縮重合するのを防止する。すなわち、この一般式 (III) で表されるシラン化合物を反応させることによって、保存安定性のよいシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物にすることができる。

【0033】

シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物と一般式 (III) で表されるシラン化合物との反応は、例えば、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の水溶液中に一般式 (V) で表されるシラン化合物を滴下することにより、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の水酸基と一般式 (III) で表されるシラン化合物の水酸基が縮合する。

【0034】

ただし、上記一般式 (V) で表されるシラン化合物において Z がハロゲン基のシラン化合物は加水分解性がよいので、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物水溶液中に上記一般式 (V) で表されるシラン化合物を直接滴下することによって上記反応は進行するが、上記一般式 (V) で表されるシラン化合物で Z がアルコキシ基のものや、ヘキサメチルジシロキサンなどのケイ素原子が 2 個のシラン化合物では、あらかじめ pH 2 ~ 3 の水溶液中で加水分解して一般式 (II I) で表されるシラン化合物とし、その後、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物水溶液に滴下する必要がある。

【 0 0 3 5 】

シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物と上記一般式 (V) で表されるシラン化合物との反応温度は 3 0 ~ 6 0 °C が好ましい。また、反応時間は、反応量によっても異なるが、一般式 (V) で表されるシラン化合物の滴下に 3 0 分 ~ 2 時間、その後の攪拌は 1 ~ 6 時程度が好ましい。

【 0 0 3 6 】

攪拌終了後、反応溶液を水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液などのアルカリ水溶液で中和し、さらに 1 ~ 1 0 時間程度攪拌を続けて反応を完結させることによって、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物が得られ、p H や濃度を調整後、固形分濃度が 7 0 % の時の 2 0 °C における粘度が 5 0 0 ~ 2 0 , 0 0 0 m P a · s の範囲内にあるものが本発明の染毛剤に用いられる。

【 0 0 3 7 】

本発明の染毛剤に含有させるシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を固形分濃度が 7 0 % の時の 2 0 °C における粘度が 5 0 0 ~ 2 0 , 0 0 0 m P a · s の範囲内のものと規定しているのは、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の固形分濃度が 7 0 % の時の 2 0 °C における粘度が上記範囲以下では、重合が不十分で、染毛剤に含有させた時に、染毛時の毛髪の損傷を抑制し、染毛後の毛髪に艶、はり、良好な櫛通り性を付与する効果が現れない恐れがあり、粘度が上記範囲以上になると、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物に流動性がなくなり、取り扱いにくくなるからである。

【 0 0 3 8 】

シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の染毛剤中での含有量（染毛剤への配合量）としては、0.05～10質量%、特に0.5～5質量%の範囲にするのが好ましい。すなわち、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の染毛剤中での含有量が上記範囲より少ない場合は、染毛時の毛髪の損傷を抑制する効果に乏しく、染毛後の毛髪に艶、はり、良好な櫛通り性を付与することができず、さらに染毛毛髪の耐シャンプー性が付与されなくなるおそれがあり、またシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の染毛剤中での含有量が上記範囲より多くなっても、増加に見合う効果の増加がほとんど認められない上に、染毛後の毛髪に多量に残存して、毛髪がべたついたり、油っぽい感触を与えたりする恐れがあるためである。

【0039】

本発明の染毛剤において、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を2剤型染毛剤に含有させる場合は、第1剤、第2剤のいずれに含有させてもよいが、通常、第1剤に含有させるのが適している。

【0040】

2剤型の酸化型染毛剤の場合、通常、第1剤には酸化染料（染料中間体）やアルカリ剤、また必要に応じてニトロ染料が含有される。

【0041】

第1剤に含有する酸化染料（染料中間体）としては、公知のものを使用することができ、例えば、p-フェニレンジアミン、N-フェニル-p-フェニレンジアミン、4,4'-ジアミノジフェニルアミン、o-フェニレンジアミンなどのフェニレンジアミン類、トルエン-2,5-ジアミン、トルエン-3,4-ジアミンなどのトルエンアミン類、p-アミノフェノール、p-メチルアミノフェノール、o-アミノフェノールなどのアミノフェノール類、2,6-ジアミノピリジンなどのジアミノピリジンなどが挙げられ、カップラーとしては、例えば、m-フェニレンジアミン、トルエン-2,4-ジアミン、m-アミノフェノール、 α -ナフトール、レゾルシン、カテコール、ハイドロキノンなどが挙げられる。

【0042】

アルカリ剤としては、特に限定されることはなく、例えば、水酸化ナトリウム

、水酸化カリウム、アンモニア水、モノエタノールアミン、トリエタノールアミンなどが用いられ、ニトロ染料としては、例えば、2-アミノ-4-ニトロフェノール、ニトロ-p-フェニレンジアミン、p-ニトロ-o-フェニレンジアミン、2-アミノ-5-ニトロフェノールなどが使用できる。

【0043】

第2剤は酸化剤を必須成分とするが、酸化剤としては、特に制限はなく、例えば、過酸化水素、過炭酸ナトリウム、過ホウ素酸ナトリウム、過酸化ナトリウムなどを使用することができる。

【0044】

本発明の染毛剤は、固形分濃度が70%の時の20℃における粘度が500～20,000 mPa・sの範囲内にあるシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を必須成分として調製されるが、それ以外の成分に関しては、染毛剤に使用可能なものであればいずれも使用することができる。そして、本発明の染毛剤の調製は、すでに調製済みの染毛剤に、固形分濃度が70%の時の20℃における粘度が500～20,000 mPa・sの範囲内にあるシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を添加することによって行ってもよいし、また、染毛剤の調製時に固形分濃度が70%の時の20℃における粘度が500～20,000 mPa・sの範囲内にあるシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を他の成分と一緒に加えて調製してもよい。

【0045】

本発明の染毛剤は、その効果を損なわない範囲において、従来の染毛剤と同様に、例えば、非イオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤などの界面活性剤類、グリセリン、プロピレングリコールなどの溶解剤、保湿剤、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸アミドなどの粘度調整剤、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステルなどの共重合体、N,N-ジメチルアミノエチルメタクリレート共重合体、ビニルピロリドンと酢酸ビニルとの共重合体などの高分子化合物類、pH調整剤、香料、防腐剤、酸化防止剤、キレート剤などの物質を必要に応じて含有させることができる。

【0046】

【発明の効果】

本発明の染毛剤は、均一に染毛でき、かつ染毛時の毛髪の損傷が少なく、染毛後の毛髪に艶、はり、良好な櫛通り性などを付与でき、しかも染毛後の耐シャンプー性に優れる。

【0047】

【実施例】

つぎに実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、実施例や比較例中における各成分の配合量はいずれも質量部によるものであり、配合量が固形分量でないものについては、成分名のあとに括弧書きで固形分濃度を示している。また、濃度を示す%は質量%である。なお、以下の実施例や比較例においては、酸化型染毛剤の調製を行う関係もあって、各成分に関して「含有」という表現をせず、「配合」という表現で説明する。また、実施例に先立って、実施例中で染毛処理に用いたシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の製造例を参考例として示す。

【0048】

参考例 1

N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解セリシン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物[1:25:25(モル比)]の製造

内径12cm、容量2リットルの丸底円筒形ガラス製反応容器に、N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解セリシン（加水分解セリシンの分子量は数平均分子量で約500）の10%水溶液200gと18%塩酸11.5gを加えてpHを1.5にし、60℃に加温した。つぎに400rpmで攪拌しながら、ジメチルジエトキシシラン（信越シリコン社製KBE-22）99.1gとオクチルトリエトキシシラン（日本ユニカー社製A-137）184.7gの混液を5時間かけて滴下した。滴下終了後、60℃で更に15時間攪拌を続けた。つぎに、攪拌しながら5%水酸化ナトリウム水溶液40.8gを徐々に滴下してpHを6に調整し、さらに60

℃で1時間攪拌した。この反応液を60℃、400rpmで攪拌しながらトリメチルクロロシラン（信越シリコン社製KA-31）11.6gを加えた後、60℃で1時間攪拌した。ついで5%水酸化ナトリウム水溶液78.8gを滴下し、pHを6に調整した後、60℃で1時間攪拌し、さらに反応液の温度を80℃に上げ1時間攪拌した。その後、反応液をロータリーエバポレーターにて減圧濃縮して固形分濃度を70%に調整し、N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解セリシン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を260g得た。

【0049】

このようにして得られたN-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解セリシン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物の70%水溶液の20℃での粘度を、B型粘度計、ロータ3、回転数30回転で測定したところ、粘度は2120mPa・sであった。

【0050】

参考例2

N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解コラーゲン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物[1:25:25(モル比)]の製造

内径12cm、容量2リットルの丸底円筒形ガラス製反応容器に、N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解コラーゲン（加水分解コラーゲンの分子量は数平均分子量で約500）の10%水溶液150gと18%塩酸7.6gを加えてpHを1.5にし、60℃に加温した。つぎに400rpmで攪拌しながら、ジメチルジエトキシシラン（信越シリコン社製KBE-22）79.7gとオクチルトリエトキシシラン（日本ユニカー社製A-137）148.6gの混液を5時間かけて滴下した。滴下終了後、60℃で更に15時間攪拌を続けた。つぎに、攪拌しながら5%水酸化ナトリウム水溶液22.9gを徐々に滴下してpHを6に調整し、さらに60℃で1時間攪拌した。この反応液を60℃、400rpmで攪拌しながらト

リメチルククロシラン（信越シリコン社製KA-31）9.3 gを加えた後、60℃で1時間攪拌した。次いで5%水酸化ナトリウム水溶液68.5 gを滴下し、pHを6に調整した後、60℃で1時間攪拌し、さらに反応液の温度を80℃に上げ1時間攪拌した。その後、反応液をロータリーエバポレーターにて減圧濃縮して固形分濃度を70%に調整し、N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解コラーゲン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を211.9 g得た。

【0051】

このようにして得られたN-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解コラーゲン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物の70%水溶液の20℃での粘度を、製造例1と同じ条件で測定したところ、粘度は1116 mPa・sであった。

【0052】

参考例3

N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解シルク-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物 [1:40:40 (モル比)] の製造

内径12 cm、容量2リットルの丸底円筒形ガラス製反応容器に、N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解シルク（加水分解シルクの分子量は数平均分子量で約600）の10%水溶液127.3 gと18%塩酸4.8 gを加えてpHを1.5にし、60℃に加熱した。つぎに400 rpmで攪拌しながら、ジメチルジエトキシシラン（信越シリコン社製KBE-22）88.0 gとオクチルトリエトキシシラン（日本ユニカー社製 A-137）164.0 gの混液を5時間半かけて滴下した。滴下終了後、60℃で更に15時間攪拌を続けた。つぎに、攪拌しながら5%水酸化ナトリウム水溶液17.1 gを徐々に滴下してpHを6に調整し、さらに60℃で1時間攪拌した。この反応液を60℃、400 rpmで攪拌しながらトリメ

チルククロシラン（信越シリコン社製KA-31）6.4 gを滴下し、60℃で1時間攪拌した。ついで攪拌しながら5%水酸化ナトリウム水溶液45.7 gを徐々に滴下してpHを6に調整した後、60℃で1時間攪拌し、さらに反応液の温度を80℃に上げ1時間攪拌した。その後、反応液をロータリーエバポレーターにて減圧濃縮して固形分濃度を70%に調整し、N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解シルクージメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を209 g得た。

【0053】

このようにして得られたN-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解シルクージメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物の70%水溶液の20℃での粘度を、製造例1と同じ条件で測定したところ、粘度は640 mPa・sであった。

【0054】

実施例1および比較例1～2

表1に示す組成の染毛剤（酸化型染毛剤）の第1剤を調製し、染毛性、染毛後の毛髪の均染性、艶、はり、櫛通り性および耐シャンプー性を評価した。

【0055】

実施例1では参考例1で製造したシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物のN-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解セリシン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を用い、比較例1ではシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物に代えて、アミノ変性シリコンであるアミノメチルアミノプロピルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体エマルジョン〔東レ・ダウコーニング・シリコン（株）製SM8702C（商品名）〕を用い、比較例2はシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物やシリコンなどは用いていない対照品（ブランク）である。

【0056】

【表 1】

| | 実施例 1 | 比較例 1 | 比較例 2 |
|------------------------------------|----------|----------|----------|
| 参考例 1 のシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物 (70%) | 3.0 | 0 | 0 |
| アミノ変性シリコーン (40%) | 0 | 5.3 | 0 |
| p-フェニレンジアミン | 0.8 | 0.8 | 0.8 |
| p-アミノフェノール | 0.2 | 0.2 | 0.2 |
| o-アミノフェノール | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| レゾルシン | 1.6 | 1.6 | 1.6 |
| イソプロパノール | 9.0 | 9.0 | 9.0 |
| プロピレングリコール | 5.5 | 5.5 | 5.5 |
| オレイン酸 | 15.0 | 15.0 | 15.0 |
| アンモニア水 (28%) | 10.0 | 10.0 | 10.0 |
| 亜硫酸ナトリウム | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| オレイルアルコール | 10.0 | 10.0 | 10.0 |
| エデト酸二ナトリウム | 0.4 | 0.4 | 0.4 |
| ビス-2-ヒドロキシエチルソルビタンアミン | 9.4 | 9.4 | 9.4 |
| ヒドロキシエチルステアリルアミド | 6.0 | 6.0 | 6.0 |
| 精製水 | 計 100とする | 計 100とする | 計 100とする |

【0057】

上記第 1 剤に対し、第 2 剤は実施例 1、比較例 1～2 とともに共通で、下記の組成からなるものである。ただし、各成分の配合量は質量部である。

【0058】

第 2 剤

| | |
|----------------------|-------------|
| ステアリン酸 | 1. 0 |
| モノステアリン酸グリセリン | 1. 5 |
| ポリオキシエチレン（5）オレイルエーテル | 1. 0 |
| 過酸化水素水（3 5 %） | 1 5. 0 |
| 精製水 | 計 1 0 0 とする |

【0 0 5 9】

上記実施例 1 および比較例 1 ～ 2 の染毛剤を用いて、それぞれ重さ 1 g で長さ 1 0 c m の毛束を染毛した。なお、染毛に先立ち、各毛束は 2 % ポリオキシエチレン（3）ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄した後、水洗し、染毛後の染色度の比較が容易になるように、6 % 過酸化水素水と 2 % のアンモニア水を 1 : 1（重量比）の割合で混合した溶液 1 0 g（毛束 1 本当たりの溶液量）に 5 分間浸漬してブリーチ処理を行い、水洗後、乾燥して染毛処理に供した。

【0 0 6 0】

染毛処理は、それぞれの第 1 剤と第 2 剤を同量ずつ混合し、その混合物 2 g ずつをそれぞれの毛束に塗布した後、1 5 分間放置し、お湯ですすぎ、ついで 2 % ポリオキシエチレン（3）ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄することによって行った。染毛処理後、ドライヤーで毛束を乾燥し、実施例 1 および比較例 1 について 1 0 人のパネラーに、染毛後の毛髪の均染性、艶、はりおよび櫛通り性について下記の評価基準で比較例 2（対照品）と比較評価させた。

【0 0 6 1】**評価基準**

- + 3 : 対照品に比べて非常に良い
- + 2 : 対照品に比べて良い
- + 1 : 対照品に比べてやや良い
- 0 : 対照品とほぼ同じ
- 1 : 対照品に比べてやや悪い
- 2 : 対照品に比べて悪い
- 3 : 対照品に比べて非常に悪い

【0 0 6 2】

さらに、上記実施例 1 および比較例 1 ～ 2 の染毛剤で染毛した後の毛束を 2 % ポリオキシエチレン (3) ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄、水洗、ドライヤー乾燥を 20 回繰り返し、洗浄後の毛髪の色濃さ、艶、はり、および櫛通り性について、前記染毛後の均染性などと同様の評価基準で比較例 2 と比較評価することによって、耐シャンプー性を評価した。それらの結果を表 2 に示すが、評価値は 10 人のパネラーの平均値で示す。

【0063】

【表 2】

| | 実施例 1 | 比較例 1 | 比較例 2 |
|-------------|-------|-------|-------|
| 染毛後の毛髪の | | | |
| 均染性 | +2.3 | +1.6 | — |
| 艶 | +2.4 | +1.5 | — |
| はり | +2.3 | +1.0 | — |
| 櫛通り性 | +2.2 | +0.6 | — |
| 20 回洗浄後の毛髪の | | | |
| 色の濃さ | +2.9 | +0.8 | — |
| 艶 | +1.9 | +1.1 | — |
| はり | +2.3 | +0.6 | — |
| 櫛通り性 | +1.9 | +0.8 | — |

【0064】

表 2 に示す結果から明らかなように、実施例 1 の染毛剤で染毛した毛髪は、比較例 2 の染毛剤で染毛した毛髪に比べてプラス (+) の評価であり、しかもいずれの評価項目においてもアミノ変性シリコンを配合した比較例 1 の染毛剤で染毛した毛髪より評価値が高く、染毛剤に配合したシリル化ペプチド—シラン化合物共重合組成物の N—〔2—ヒドロキシ—3—(3'—メチルジヒドロキシシリ

ル) プロポキシ] プロピル加水分解セリシンージメチルジエトキシシランーオクチルトリエトキシシラン共重合組成物が毛髪に対して均染効果を有し、染毛時の毛髪の損傷を抑制し（これは櫛通り性が良好なことから判断できる）、さらに染毛後の毛髪に艶、はり、良好な櫛通り性を付与することが明らかであった。一方、比較例 1 の染毛剤は、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物に代えてアミノ変性シリコーンを含有しているが、毛髪の艶、はり、櫛通り性のいずれの評価値も対照品である比較例 2 と大差はなく、染毛剤に配合したシリコーンは毛髪には収着しにくいか、染毛後の洗浄時に洗い流されて毛髪への収着量が少なく、その効果が発揮されなかったものと思われる。

【0065】

さらに、シャンプーで 20 回洗浄後も、実施例 1 の染毛剤で染毛した毛髪は、比較例 1～2 で染毛した毛髪に比べて色が濃く、また、毛髪の艶、はり、潤い感および櫛通り性のいずれの項目においても実施例 1 は比較例 1～2 より優れていて、実施例 1 の染毛剤に含有させたシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物は、染毛後の毛髪の耐シャンプー性を向上させることが明らかであった。

【0066】

実施例 2 および比較例 3～4

表 3 に示す組成の染毛剤第 1 剤を調製し、染毛後の均染性、毛髪の艶、はり、櫛通り性について評価した。

【0067】

実施例 2 では参考例 2 で製造したシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の N-〔2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル) プロポキシ] プロピル加水分解コラーゲンージメチルジエトキシシランーオクチルトリエトキシシラン共重合組成物を用い、比較例 3 ではシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物に代えてジメチルポリシロキサン〔東レ・ダウコーニング・シリコーン(株) 製 SH200C-100cs (商品名)〕を用い、比較例 4 はシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物やシリコーンなどは用いていない対照品(ブランク)である。

【0068】

【表 3】

| | 実施例 2 | 比較例 3 | 比較例 4 |
|--|---------------|---------------|---------------|
| 参考例 2 で製造したシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物 (70%) | 5.0 | 0 | 0 |
| ジメチルポリシロキサン | 0 | 3.5 | 0 |
| ニトロ-p-フェニレンジアミン | 0.4 | 0.4 | 0.4 |
| 4-アミノ-2-ニトロフェノール | 0.4 | 0.4 | 0.4 |
| o-アミノフェノール | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| レゾルシン | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| ポリオキシエチレン (7) ノニルフェニルエーテル | 10.0 | 10.0 | 10.0 |
| オレイン酸 | 5.0 | 5.0 | 5.0 |
| オレイルアルコール | 10.0 | 10.0 | 10.0 |
| プロピレングリコール | 10.0 | 10.0 | 10.0 |
| イソプロピルアルコール | 10.0 | 10.0 | 10.0 |
| アスコルビン酸 | 0.5 | 0.5 | 0.5 |
| アンモニア水 (25%) | pH 9.5に する | pH 9.5に する | pH 9.5に する |
| 精製水 | 計100 と する | 計100 と する | 計100 と する |
| 「第 2 剤」 | | | |
| 過酸化水素水 (35%) | 15.0 | 15.0 | 15.0 |
| リン酸 | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| 精製水 | 84.9 | 84.9 | 84.9 |

【0069】

上記実施例 2 および比較例 3 ～ 4 の染毛剤を用いて、実施例 1 と同様にブリーチ処理した重さ 1 g で長さ 1 0 c m の毛束をそれぞれ染毛した。染毛処理は、それぞれの第 1 剤と第 2 剤を同量ずつ混合し、その混合物 2 g ずつをそれぞれの毛束に塗布した後、2 0 分間放置し、お湯ですすぎ、ついで 2 % ポリオキシエチレン（3）ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄することによって行った。染毛処理後、ドライヤーで毛束を乾燥し、実施例 2 および比較例 3 について 1 0 人のパネラーに、均染性、毛髪の艶、はりおよび櫛通り性について実施例 1 と同様の評価基準で比較例 4 と比較評価させた。

【 0 0 7 0 】

さらに、上記実施例 2 および比較例 3 ～ 4 の染毛剤で染毛後の毛髪を実施例 1 と同様にシャンプー処理を 2 0 回繰り返し、洗浄後の毛髪の色濃さ、艶、はりおよび櫛通り性について、実施例 1 と同様の評価基準で比較例 4 と比較評価することによって、耐シャンプー性を評価した。それらの結果を表 4 に示すが、評価値は 1 0 人のパネラーの平均値である。

【 0 0 7 1 】

【表 4】

| | 実施例 2 | 比較例 3 | 比較例 4 |
|------------|-------|-------|-------|
| 染毛後の毛髪の | | | |
| 均染性 | +2.3 | +1.3 | — |
| 艶 | +2.4 | +1.1 | — |
| はり | +2.0 | +0.9 | — |
| 櫛通り性 | +2.8 | +0.5 | — |
| 20回洗浄後の毛髪の | | | |
| 色の濃さ | +2.8 | +0.6 | — |
| 艶 | +2.0 | +0.9 | — |
| はり | +2.1 | +0.5 | — |
| 櫛通り性 | +2.0 | +1.1 | — |

【0072】

表 4 に示す結果から明らかなように、シリル化ペプチド—シラン化合物共重合組成物の N—〔2—ヒドロキシー—3—（3′—メチルジヒドロキシシリル）プロポキシ〕プロピル加水分解コラーゲン—ジメチルジエトキシシラン—オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を配合した実施例 2 の染毛剤で染毛した毛髪は、比較例 4 の染毛剤で染毛した毛髪に比べてプラス（+）の評価であって、しかも、シリコーンを配合した比較例 3 の染毛剤で染毛した毛髪よりいずれの評価項目においても評価値が高く、シリル化ペプチド—シラン化合物共重合組成物は毛髪を均一に染毛し、染毛時の毛髪の損傷を抑制し、染毛後の毛髪に艶、はり、良好な櫛通り性を付与する効果を有することが明らかであった。さらに、シャンプーで 20 回洗浄後も、実施例 2 の染毛剤で染毛した毛髪は、比較例 3 の染毛剤で染毛した毛髪と比べても、いずれの項目においても評価値が高く、耐シャンプー性が優れていることが明らかであった。

【0073】

実施例 3 および比較例 5～6

表 5 に示す組成の染毛剤第 1 剤を調製し、染毛後の均染性、毛髪の艶、はり、櫛通り性について評価した。

【0074】

実施例 3 では参考例 3 で製造したシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の N-〔2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ〕プロピル加水分解シルク-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を用い、比較例 5 ではシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物に代えて、オクタメチルシクロテトラシロキサン〔東レ・ダウコーニング・シリコン (株) 製 SH244 (商品名)〕を用い、比較例 6 はシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物やシリコンなどは用いていない対照品 (ブランク) である。

【0075】

【表 5】

| | 実施例 3 | 実施例 5 | 比較例 6 |
|---------------------------------------|----------|----------|----------|
| 参考例 3 で製造したシリル化ペプチドシラン化合物共重合組成物 (70%) | 1.5 | 0 | 0 |
| オクタメチルシクロテトラシロキサン | 0 | 1.05 | 0 |
| p-フェニレンジアミン | 1.0 | 1.0 | 0 |
| プロピレングリコール | 10.0 | 10.0 | 10.0 |
| チオグリコール酸アンモニウム (50%) | 0.5 | 0.5 | 0.5 |
| ポリオキシエチレン (6) ステアリルエーテル | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| エデト酸二ナトリウム | 0.3 | 0.3 | 0.3 |
| アンモニア水 (28%) | pH10にする | pH10にする | pH10にする |
| 精製水 | 計100 とする | 計100 とする | 計100 とする |
| 「第 2 剤」 | | | |
| 過酸化水素水 (35%) | 6.0 | 6.0 | 6.0 |
| 精製水 | 94.0 | 94.0 | 94.0 |

【0076】

上記実施例 3 および比較例 5～6 の第 1 剤と第 2 剤をそれぞれの同量ずつ混合し、その混合物 2 g ずつを用いて、実施例 1 と同様に前処理でブリーチ処理した重さ 1 g で長さ 10 cm の毛束をそれぞれ染毛した。染毛処理は、それぞれの第 1 剤と第 2 剤を同量ずつ混合し、その混合物 2 g ずつをそれぞれの毛束に塗布した後、20 分間放置し、お湯ですすぎ、ついで 2% ポリオキシエチレン (3) ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄することによって行った。染毛処理

後、ドライヤーで毛束を乾燥し、実施例 2 および比較例 3 について 10 人のパネラーに、均染性、毛髪の艶、はりおよび櫛通り性について実施例 1 と同様の評価基準で比較例 4 と比較評価させた。

【0077】

さらに、上記実施例 3 および比較例 5～6 の染毛剤で染毛後の毛髪を実施例 1 と同様にシャンプー処理を 20 回繰り返す、洗浄後の毛髪の色、艶、はりおよび櫛通り性について、実施例 1 と同様の評価基準で比較例 4 と比較評価することによって、耐シャンプー性を評価した。それらの結果を表 6 に示すが、評価値は 10 人のパネラーの平均値である。

【0078】

【表 6】

| | 実施例 3 | 比較例 5 | 比較例 6 |
|-------------|-------|-------|-------|
| 染毛後の毛髪の | | | |
| 均染性 | +2.5 | +1.4 | — |
| 艶 | +2.4 | +1.4 | — |
| はり | +2.4 | +0.9 | — |
| 櫛通り性 | +2.5 | +1.1 | — |
| 20 回洗浄後の毛髪の | | | |
| 色の濃さ | +2.7 | +0.6 | — |
| 艶 | +2.2 | +1.2 | — |
| はり | +2.6 | +0.4 | — |
| 櫛通り性 | +2.2 | +0.9 | — |

【0079】

表 6 に示す結果から明らかなように、シリル化ペプチド—シラン化合物共重合組成物の N—〔2—ヒドロキシ—3—（3'—メチルジヒドロキシシリル）プロ

ボキシ] プロピル加水分解シルクージメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を含有する実施例 3 の染毛剤で染毛した毛髪は、比較例 6 の染毛剤で染毛した毛髪に比べてプラス (+) の評価であって、しかも、シリコーンを配合した比較例 3 の染毛剤で染毛した毛髪よりいずれの評価項目においても評価値が高く、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物は毛髪を均一に染毛し、染毛時の毛髪の損傷を抑制し、染毛後の毛髪に艶、はり、良好な櫛通り性を付与する効果を有することが明らかであった。さらに、シャンプーで 20 回洗浄後も、実施例 2 の染毛剤で染毛した毛髪は、比較例 3 の染毛剤で染毛した毛髪と比べても、いずれの項目においても評価値が高く、耐シャンプー性が優れていることが明らかであった。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 均一に染毛でき、かつ染毛時の毛髪の損傷が少なく、染毛後の毛髪に艶、はり、良好な櫛通り性などを付与でき、しかも染毛後の耐シャンプー性に優れた染毛剤を提供する。

【解決手段】 ケイ素原子に直結する水酸基を 2 個以上有するシリル化ペプチドと、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基を 2 個以上生じるシラン化合物を縮重合させた後、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基を 1 個生じるシラン化合物を反応させて得られる、固形分濃度が 7 0 % の時の 2 0 ℃ における粘度が 5 0 0 ～ 2 0 , 0 0 0 m P a ・ s の範囲内にあるシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物を含有させて染毛剤を構成する。シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の染毛剤中の含有量が 0 . 0 5 ～ 1 0 質量%であることが好ましい。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 1 0 9 7 5 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 1 4 7 2 1 3]

| | |
|----------|---------------------------|
| 1. 変更年月日 | 1 9 9 0 年 8 月 2 1 日 |
| [変更理由] | 新規登録 |
| 住 所 | 大阪府東大阪市布市町 1 丁目 2 番 1 4 号 |
| 氏 名 | 株式会社成和化成 |